



## La caractérisation de la coulabilité des poudres au laboratoire

Pierre Guigon\*, Khashayar Saleh\*

**Résumé :** la caractérisation de la coulabilité des poudres à partir d'échantillons de laboratoire est importante pour de nombreux secteurs industriels tant d'un point de vue mise au point de procédés que d'un point de vue contrôle qualité. L'article présente les différents appareils de laboratoire permettant de caractériser cette propriété des poudres.

**Mots clés :** poudre, coulabilité.

### Laboratory characterization of powder flowability

Summary : characterization of powder flowability from laboratory sample is important in numerous industrial field in order to help powder processing and as quality control. This article presents the laboratory apparatus used to characterize flowability.

Key words : powder, flowability, flow properties.

### I - Introduction

De nombreux secteurs industriels utilisent à un moment ou à un autre des matières sous forme de solides divisés. La taille et la forme de ces solides divisés sont très variables, de quelques dizaines de nanomètres à quelques millimètres, d'une forme sphérique parfaite à des rapports d'élongation importants. Ces caractéristiques influent énormément sur la coulabilité et donc sur les propriétés de manipulation lors du procédé ou du stockage.

La coulabilité est une propriété multidimensionnelle : selon son état de compacité (degré de vide) et sa vitesse de déplacement, une poudre pourra avoir des comportements totalement différents (1). En effet, les interactions entre particules dépendent non seulement des propriétés physiques et physico-chimiques, mais aussi du régime d'écoulement et donc de l'appareillage utilisé. En ce sens, la coulabilité n'est pas une propriété inhérente à la poudre. Pour mettre en place au laboratoire des tests pertinents, il faudra utiliser des appareils qui mettent en œuvre la poudre dans des conditions de compaction et de vitesse d'écoulement similaires à ce qu'elle subit dans l'appareillage utilisé. Ainsi, une cellule de cisaillement sera très utile pour définir le comportement d'une poudre dans un silo mais présentera moins d'intérêt si la poudre est fluidisée.

Depuis très longtemps, la communauté scientifique se préoccupe de développer des appareils permettant d'appréhender cette notion de coulabilité. De nombreux appareils ont été proposés, certains basés sur une approche scientifique comme, par exemple, les cellules de cisaillement, d'autres, plus comparatifs et normatifs, comme la mesure des angles caractéristiques, de l'écoulement à travers un orifice ou de la compressibilité. L'objectif recherché à travers ces appareils est de trois ordres :

- calcul de silos ou de trémies ou d'autres appareils de manutention pour ne pas avoir de phénomènes indésirables comme la formation d'arches, la ségrégation ou d'autres problèmes d'écoulement ;

- cerner les problèmes liés à la coulabilité dans les étapes du procédé, lors du stockage ou du transport ;

- contrôle de la qualité. Il s'agit d'être certain que la poudre réponde à un cahier des charges précis.

Dans cet article, nous faisons le point sur les appareils de laboratoires qui permettent d'appréhender cette notion de coulabilité. S'agissant d'un phénomène complexe, il ne pourra pas être appréhendé par un seul test.

Tout d'abord, il est nécessaire de comprendre la nature particulière de l'état solide divisé.

Ce n'est pas un solide bien qu'il puisse supporter des déformations et emmagasiner de l'énergie.

Ce n'est pas un liquide bien qu'il puisse s'écouler.

Ce n'est pas un gaz bien qu'il puisse être comprimé.

Dans un solide divisé, les efforts ne se transmettent pas de manière isotrope, mais à travers des réseaux de « points » de contact entre les particules. Les physiciens ont bien montré que dans un empilement de solides divisés, il existe des réseaux de transmission de contrainte avec des directions privilégiées qui dépendent de l'arrangement local et instantané des particules. Ceci explique pourquoi dans un silo non fluidisé, la pression qui s'exerce dans le milieu solide divisé, n'est pas hydrostatique. Il faudra être très vigilant sur le passé de l'échantillon et son mode de remplissage dans l'appareil, faute de quoi les résultats présenteront peu de reproductibilité.

### II - Cellules de cisaillement

Différents modèles existent sur le marché. Historiquement Jenike (2) utilisa une cellule en translation (fig. 1) dérivée des cellules utilisées en mécanique des sols pour développer sa théorie de dimensionnement des silos. L'utilisation

\* Université de Technologie de Compiègne - BP 20529 - 60205 Compiègne cedex - Tél : 03 44 23 44 31 - fax : 03 44 23 19 80 - Mél : pierre.guigon@utc.fr

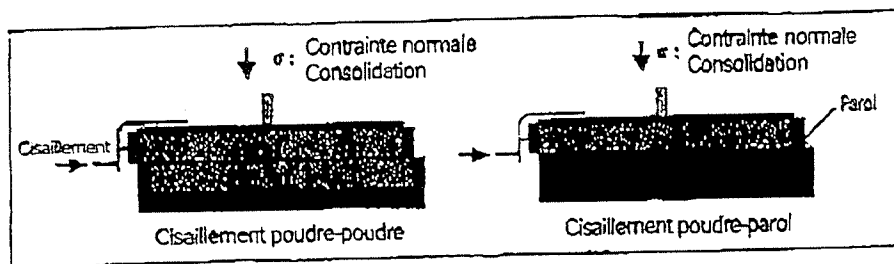


Fig. 1. - Cellule de cisaillement de type Jenike, montage poudre-poudre et poudre-paroi.

de cette cellule a fait l'objet d'une procédure standard (3). Cette cellule a le défaut de consommer trop de poudre (pour certaines applications) et de nécessiter une mise en œuvre longue effectuée par un personnel qualifié et entraîné. D'autres types de cellule ont été développés pour pallier ces inconvénients : parmi ces cellules, nous citerons la cellule annulaire de Schulze (4) et la cellule circulaire de Peschl (5). Pour une étude assez complète de ces différents types de cellule, on pourra se reporter à l'article de synthèse de Schweddes (6).

Ces cellules permettent d'obtenir pour une consolidation donnée, le lieu d'écoulement de la poudre (fig. 2). Celui-ci correspond à la courbe qui sépare la zone de résistance à l'écoulement de la zone de rupture, représentée dans un diagramme avec pour abscisse la contrainte normale et pour ordonnée la contrainte de cisaillement. L'extrapolation du lieu d'écoulement pour une contrainte normale nulle donne la cohésion de la poudre pour une consolidation donnée. Le cercle de Mohr (7) passant par l'origine et tangent au lieu d'écoulement donne la résistance à la compression  $f_c$  pour la consolidation  $\sigma_c$ , correspondant au cercle de Mohr tangent au lieu d'écoulement en E. Le tracé de plusieurs lieux d'écoulement, correspondant à différentes consolidations permet d'obtenir la fonction d'écoulement de la poudre (ensemble des points  $f_c, \sigma_1$ ) qui est une caractéristique de la poudre indépendante de la géométrie de l'appareillage utilisé dans le procédé. Le positionnement de la fonction d'écoulement par rapport aux différents quadrants de la figure 3 donne une

Indication de la coulabilité de la poudre pour les conditions de consolidation envisagées (écoulement libre, aisé, difficile, impossible sans aide). Les cellules de cisaillement permettent aussi d'obtenir l'angle de frottement effectif de la poudre en écoulement et l'angle de frottement poudre-paroi. Ces paramètres permettent, selon Jenike, de déterminer

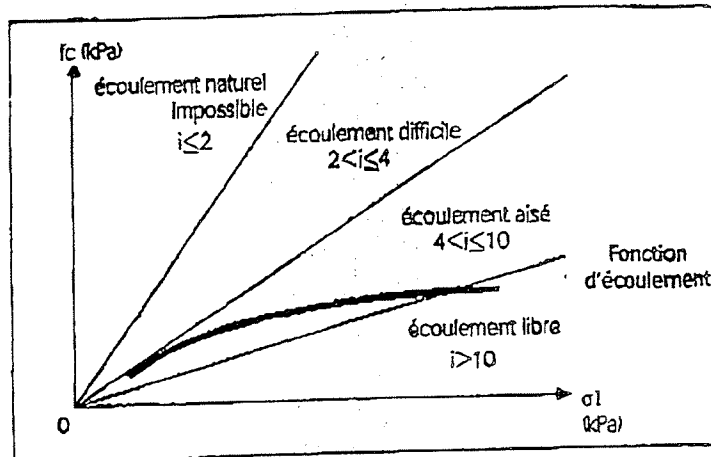


Fig. 3. - Type d'écoulement selon la position de la fonction d'écoulement selon Jenike (2).

pour une poudre donnée, les conditions d'écoulement en masse ou en cheminée et de dimensionner les sorties de silo pour obtenir des conditions d'écoulement sans formation d'arches stables.

Lors des mesures en cellules de cisaillement, il est impératif que la poudre soit dans un état critique, c'est-à-dire que le cisaillement s'effectue à volume constant (sans dilatance).

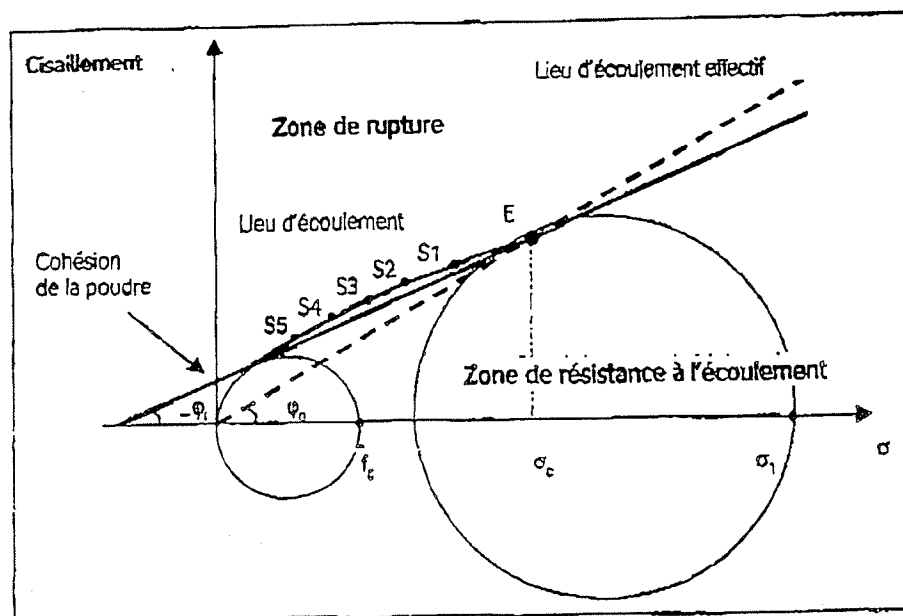


Fig. 2. - Lieu d'écoulement et angles caractéristiques utilisés pour le calcul des silos.  $\phi_i$  angle de frottement interne,  $\phi_e$  angle de frottement effectif,  $f_c$  : résistance acquise en compression simple,  $\sigma_c$  : contrainte de consolidation majeure.

## III - Approches qualitatives et comparatives

Il s'agit d'un certain nombre de techniques comme la mesure des angles de repos, la mesure de l'écoulement à travers un orifice calibré, la mesure de la compressibilité...

Ces mesures sont empiriques et dépendent beaucoup du choix de la normalisation de l'appareillage employé.

Il existe, pour certaines de ces mesures, des appareils commerciaux comme par exemple de manière non exhaustive :

- le Flodex<sup>1</sup> (8)

L'appareil Flodex (fig. 4) est formé d'un cylindre dont le fond est constitué de disques interchangeables ayant des orifices calibrés de différents diamètres. La mesure de la coulabilité est basée sur la capacité de la poudre à couler à

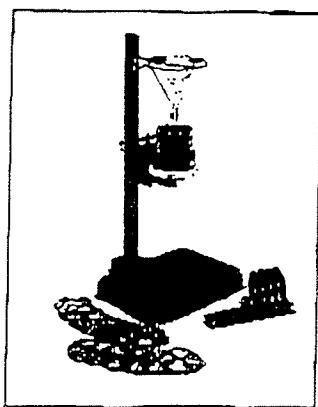


Fig. 4. - Appareil Flodex d'Hanson Research<sup>1</sup>.

travers l'orifice du disque. Plus la taille de l'orifice à travers lequel la poudre s'écoule librement est petite, meilleure est la coulabilité. Cette méthode n'est pas applicable pour les poudres très cohésives qui vont former des arches stables au dessus de l'orifice et ne vont pas s'écouler.

#### - des appareils de mesure de la compressibilité<sup>2</sup>

La masse volumique de la poudre aérée, puis tassée est obtenue à l'aide d'un appareil de mesure de densité tassée (ou voluménomètre). La compressibilité est obtenue en divisant la différence entre la masse volumique tassée et la masse volumique aérée par la masse volumique tassée. La relation entre compressibilité et caractéristique de l'écoulement est donnée dans le tableau 1. En général, moins une poudre est compressible, meilleur est son comportement en écoulement. De nombreuses sociétés fabriquent des voluménomètres ou des appareils de mesure de densité tassée.

Tableau 1. - Relation entre la compressibilité et l'écoulement d'une poudre.

Pourcentage de compressibilité	Caractéristique d'écoulement	Caractéristique d'écoulement
5-15 %	Excellentes	NON
12-20 %	Bonnes	NON
20-35 %	Passables	OUI
35-45 %	Mauvaises	NON
> 45 %	Très mauvaises	NON

#### - Hosokawa Micron Powder Characteristics Tester<sup>3</sup> (9)

Cet appareil regroupe plusieurs des tests évoqués précédemment comme l'angle de repos, la compressibilité, l'angle de spatule... Chaque test permet d'attribuer à la poudre une note selon la classification de Carr (10). La note composite finale est une indication de la coulabilité.

#### - mesure de la fréquence d'avalanche Acro-Flow<sup>4</sup>

Lors de la rotation du tambour (fig. 5), la poudre s'écoule sous forme d'avalanches à la surface libre. La fréquence et la régularité des avalanches sont mesurées par une cellule photoélectrique. L'analyseur Acro-Flow utilise un diagramme « carte des attracteurs dans l'espace des phases » (11) pour représenter une série d'avalanches. La carte représente des points sur un axe  $T_n - T_{n+1}$ . Le centre (mean) de la représentation est appelé l'attracteur et l'étendue des points autour de l'attracteur est caractérisée par la dispersion (scatter). Le temps moyen entre avalanches fournit un indice de coulabilité alors que la dispersion donne un indice de cohésion. Pour une vitesse de rotation donnée, plus le temps moyen entre avalanche sera faible et plus la poudre coulera librement (plus le centre de la représentation sera proche de zéro), plus le temps entre avalanche sera irrégulier et plus la

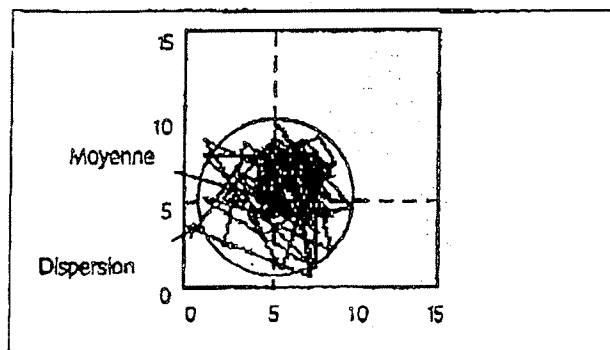
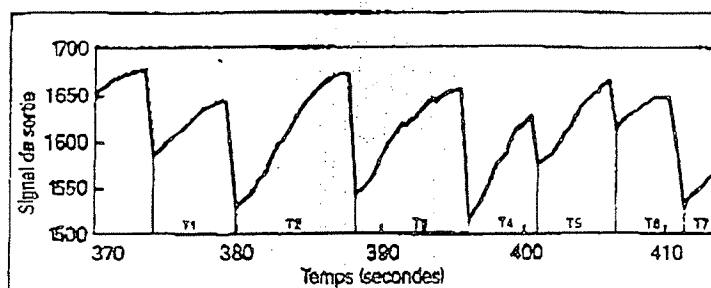
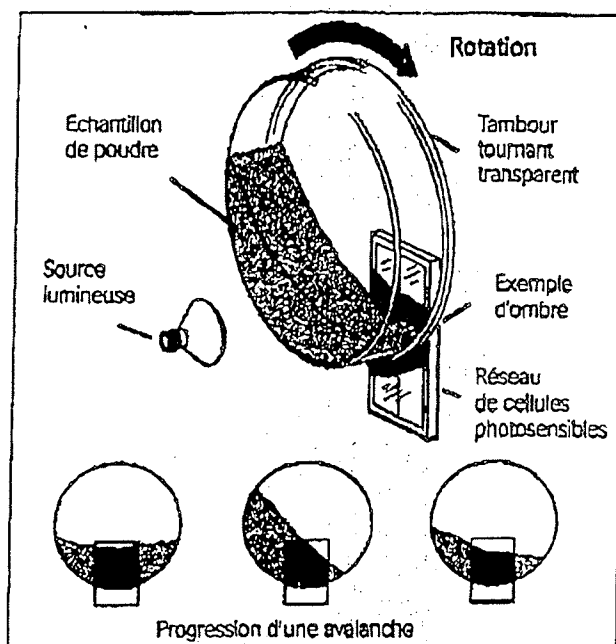


Fig. 5. - Mesure de la fréquence d'avalanche avec l'Aero-Flow de TSF.

poudre sera cohésive (plus la dispersion sera grande). Les premières avalanches dépendront de la manière de remplir la cellule mais, après un certain nombre de rotations, le remplissage n'aura plus d'importance. Certaines poudres collent aux parois, si bien que la lumière n'est plus transmise jusqu'au détecteur et la mesure est donc impossible. Parfois, la cellule enregistre des phénomènes qui ne sont pas vraiment des avalanches, ce qui perturbe l'interprétation. Des méthodes d'analyse plus complexes ont été développées (12).

## IV - Rhéomètres à poudre

L'idée d'utiliser un rhéomètre et de définir une viscosité, comme on le fait très couramment en phase liquide, est évidemment



très séduisante et a donc fait l'objet d'étude (13). Mais, jusqu'à très récemment, aucun appareil n'avait été commercialisé du fait de difficultés de reproductibilité, le mobile ayant tendance à former une cavité dans les poudres cohésives.

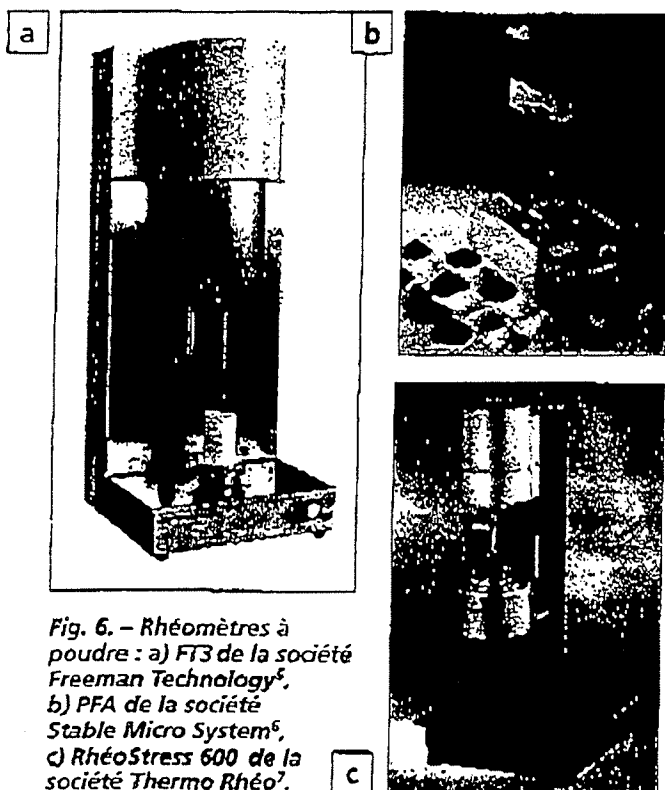


Fig. 6. – Rhéomètres à poudre : a) FT3 de la société Freeman Technology<sup>5</sup>, b) PFA de la société Stable Micro System<sup>6</sup>, c) RhéoStress 600 de la société Thermo Rhéo<sup>7</sup>.

On trouve sur le marché, à l'heure actuelle à notre connaissance, trois appareils (fig. 6) : le FT3 de la société Freeman Technology<sup>5</sup> (14), le Powder Flow Analyser (PFA)<sup>6</sup> de la société Stable Micro System (15) et une variante du Rhéostress 600<sup>7</sup> de chez Thermo Rhéo (16).

Dans ces appareils, une pale de forme brevetée se déplace selon un mouvement hélicoïdal dans la poudre. Ces trois appareils commencent par conditionner la poudre de manière à s'affranchir de son passé. L'appareil mesure une énergie utilisée pour déplacer la pale sur une distance donnée. Le FT3 mesure la somme de l'énergie transmise au fond du récipient et de l'énergie du couple exercé sur le mobile. Le Rhéostress 600 mesure sur le mobile à la fois la force et le couple. Le PFA mesure uniquement l'énergie transmise au fond du récipient. Selon

le sens de rotation et le rapport entre la vitesse de descente et la vitesse de rotation, la pale comprimerait plus ou moins la poudre, couperait à travers la poudre ou la soulèverait. Ces différents modes d'action correspondent à différentes manières de tester la poudre, représentatives de situations rencontrées dans les procédés. Dans tous les cas, le champ de contrainte dans la poudre est très complexe et peu connu. De par sa conception, le PFA est, à notre avis, un appareil uniquement de contrôle qualité, le Rhéostress 600 a des visées plus recherche et le FT3 se trouve entre les deux. Ces appareils sont en cours d'étude dans différents laboratoires universitaires (17-18). Ils donnent des mesures ayant une bonne reproductibilité et peuvent être utilisés pour des besoins de contrôle qualité. Ils sont faciles à utiliser, ne nécessitent qu'une formation minimum. La méthode est rapide, reproductible, sensible, discriminante, indépendante de l'opérateur et consomme peu de poudre. Toutefois, ces appareils ne remplaceront certainement pas les cellules de cisaillement pour le calcul des silos. Ils peuvent permettre aussi de tester une poudre dans un état aéré allant jusqu'à la fluidisation.

## V – Conclusion

La caractérisation de la coulabilité des poudres est un phénomène complexe qui ne peut pas être appréhendé par un seul test. De nombreux appareils de laboratoire existent sur le marché, le plus souvent comparatifs et normatifs, aucun n'étant parfait et suffisant en lui-même. Les cellules de cisaillement restent incontournables lorsqu'il s'agit de dimensionner des appareils de stockage.

## VI – Bibliographie

- (1) DE JONG J.A.H., HOFFMANN A.C., FINKERS H.J. Properly determine powder flowability to maximize plant output, *Chem. Eng. Prog.*, 1999, 25-34.
- (2) JENIKE A.W. Storage and flow of solids, Bulletin 123, Utah Engineering Experimental Station, Salt Lake City, The University of Utah, 1964.
- (3) Standard shear testing technique for particulate solids using the Jenike shear cell, Institution of Chemical Engineers, Rugby, 1989.
- (4) SCHULZE D., Flowability and time consolidation measurements using a ring shear tester, *Powder Handling & Processing*, 1996, 8(3), 221-226.
- (5) PESCHL I.A.S.Z. Shear test for process control and engineering, *Powder Handling and Processing*, 1999, 11 (1) 43-48.
- (6) SCHWEDDES J. Testers for measuring flow properties of particulate solids, *Powder handling & Processing*, 2000, 12 (4), 337-354.
- (7) SCHLOSSER F. Elément de mécanique des sols, Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, 1988.
- (8) <http://www.hansonresearch.com/flodex.htm>
- (9) <http://www.hosokawa.com/web/powderoquip/POWDERTESTER.HTM>
- (10) CARR R. Evaluating flow properties of solids, *Chem Engineering*, 1965, January 18, 163-168.
- (11) KAYE B.H. Characterizing the flowability of a powder using the concepts of fractal geometry and chaos theory, Part. Part. Syst. Charact., 1997, (14), 53-66.
- (12) LAVOIE F., CARTILIER L., THIBERT R. New methods characterizing avalanche behavior to determine powder flow, *Pharmaceutical Research*, 2002, 19, (6), 887-893.
- (13) BAROIS-CAZENAVE A., MARCHAL P., FALK V. et al. Experimental study of powder rheological behavior, *Powder Technology*, 1999, (103) 58-64.
- (14) <http://www.freemantech.co.uk>
- (15) <http://www.stablemicrosystems.com>
- (16) <http://www.thermorheo.com>
- (17) UMR 6067, Equipe Technologie des Poudres et Suspensions, Université de Technologie de Compiègne, <http://www.utc.fr/etps/LTPS/>.
- (18) UMR 2392, Laboratoire de Génie des Procédés des Solides Divisés, Ecole des Mines d'Albi, <http://www.enstmac.fr/recherche/umr2392/index.html>.

<sup>1</sup>Flodex, Hanson Research - 9810 Varrel Avenue - Chatsworth, CA 91311 - USA - Tél. : 800-821-8165 - 818-852-7266 - Fax : 618-822-8470 - Mèl : support@hansonresearch.com

<sup>2</sup>De nombreuses sociétés fabriquent ce genre d'appareil par exemple : <http://www.polverequip.com/tapdensity.htm> ou <http://olyantachrome.com/density/AutoTap.htm>

<sup>3</sup>Hosokawa Micron France - 8-10, rue du Bois-Sauvage - BP 231 - 91007 Evry cedex - Tél. : 01 60 91 80 55 - Fax : 01 60 79 36 43 - Mèl : hosokawa.micron@wanadoo.fr

<sup>4</sup>TSI France - Europarc - Bât C - Technopole Château Gombert - 13453 Marseille cedex - Tél. : 0 491 955 008 - Fax : 0 491 955 012 - Mèl : jstefanini@tsi.com

<sup>5</sup>Freeman Technology - Boulton's Farm Centre, Castlemorton Common, Wickland, Malvern, Worcestershire, WR13 6LE - UK - Tél. : +44(0) 1684 310 860 - Fax : +44(0) 1694 310 236 - Mèl : info@freemantech.co.uk

<sup>6</sup>Stable Micro System Ltd. - Vienna Court, Lammas Road, Godalming, Surrey GU7 1YL - UK - Tél. : +44(0) 1483 427345 - Fax : +44(0) 1483 427600 - Mèl : Stable@stablemicrosystems.com

<sup>7</sup>Thermo Rhéo - 99, route de Versailles - 91160 Champlan - Tél. : 01 64 54 01 01 - Fax : 01 64 54 01 87 - Mèl : info@thermorheo.com